19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

11) N° de publication :

2 791 886

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

21 Nº d'enregistrement national :

99 04315

(51) Int Cl7: A 61 K 7/46

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 07.04.99.

③ Priorité :

(71) Demandeur(s): CASTER Société anonyme — FR.

(72) Inventeur(s): RODELET JEAN FRANCOIS.

Date de mise à la disposition du public de la demande : 13.10.00 Bulletin 00/41.

66 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(73) Titulaire(s) :

(4) Mandataire(s): CASALONGA ET JOSSE.

64 COMPOSITION PARFUMANTE LIQUIDE HOMOGENE A BASE DE SILICONES VOLATILES.

La présente invention concerne une composition parfumante liquide homogène exempte d'alcool, constituée d'une base parfumante dissoute dans un support liquide volatil comprenant au moins une silicone volatile et au moins un premier cosolvant choisi parmi les esters d'alcools en C₄₋₁₅ et d'acides carboxyliques en C₄₋₁₀, et, éventuellement, au moins un deuxième cosolvant choisi parmi certains diesters de polyéthylèneglycol oligomère.

FR 2 791 886 - A1



Composition parfumante liquide homogène à base de silicones volatiles

La présente invention concerne une composition parfumante liquide homogène exempte d'alcool, dans laquelle les molécules odorantes sont dissoutes dans une ou plusieurs silicones volatiles grâce à la présence de cosolvants appropriés.

5

10

15

Les produits de parfumerie tels que parfums, eaux de toilette, eaux de parfums etc., sont classiquement constitués d'une base parfumante, mélange complexe de molécules odorantes d'origine naturelle ou synthétique, en solution dans de l'éthanol ou dans un mélange hydroalcoolique à faible teneur en eau.

Ces produits à base d'alcool peuvent cependant provoquer chez certains utilisateurs des réactions indésirables telles qu'une mauvaise tolérance cutanée ou un dessèchement de la peau. Ils présentent par ailleurs un danger en cas d'absorption accidentelle par des enfants et font l'objet d'une surveillance particulière, notamment aux Etats Unis, suite à la sensibilisation récente de l'opinion publique aux problèmes écologiques résultant de l'émission de produits organiques volatils dans l'atmosphère.

20

25

C'est pourquoi des tentatives ont été faites pour solubiliser des bases parfumantes dans de l'eau à l'aide d'agents tensioactifs appropriés tels que l'huile de ricin polyéthoxylée. Les compositions ainsi obtenues ont été commercialisées sous forme d'eaux de toilette destinées essentiellement aux enfants.

Les quantités d'agents tensioactifs nécessaires sont importantes et les produits parfumants ainsi obtenus sont certes limpides mais fortement moussants et très collants sur la peau.

5

Une autre approche a consisté à dissoudre la base parfumante dans une huile ou un mélange d'huiles végétales. L'inconvénient de cette formule est d'être très grasse, laissant sur la peau un film désagréable pouvant tacher les vêtements.

10

Le but de la présente invention a été de mettre au point une composition parfumante liquide homogène exempte d'alcool présentant des propriétés cosmétiques et organoleptiques satisfaisantes (absence de toucher gras, de dessèchement ou d'irritation cutanée, aspect agréable, produit non moussant, etc.) et ayant une volatilité comparable à celle des compositions existantes à base d'alcool.

15

Cet objectif a été réalisé grâce à l'utilisation d'une ou de plusieurs silicones volatiles, linéaires ou cycliques, en association avec un ou plusieurs cosolvants particuliers appropriés, en tant que support liquide volatil capable de dissoudre les bases parfumantes connues utilisées habituellement en parfumerie.

20

La présente invention a donc pour objet une composition parfumante liquide homogène exempte d'alcool, constituée d'une base parfumante dissoute dans un support liquide volatil comprenant au moins une silicone volatile et au moins un premier cosolvant choisi parmi les esters d'alcools en C_{4-15} et d'acides carboxylique en C_{4-10} , et, éventuellement, au moins un deuxième cosolvant choisi parmi certains diesters de polyéthylèneglycol oligomère.

30

25

Elle a en outre pour objet un procédé de préparation d'une telle composition parfumante liquide homogène exempte d'alcool consistant à dissoudre une base parfumante dans un support volatil comprenant au moins une silicone volatile, en utilisant comme agent de solubilisation

35

- au moins un premier cosolvant de type ester tel que défini ci-

()

après et, éventuellement,

- au moins un deuxième cosolvant de type diester d'éthylèneglycol oligomère tel que défini ci-après.

L'invention a également pour objet l'utilisation d'au moins un premier cosolvant de type ester tel que défini ci-après, ou de l'association d'au moins un premier cosolvant de type ester et d'au moins un deuxième cosolvant de type diester d'éthlèneglycol oligomère tels que définis ci-après, pour solubiliser une base parfumante dans un support liquide à base de silicones volatiles.

Un autre objet de l'invention est l'utilisation en parfumerie d'une composition parfumante liquide homogène exempte d'alcool telle que décrite ci-dessus.

On entend par silicone volatile dans la présente invention des silicones ayant une pression de vapeur, mesurée à 25 °C, au moins égale à 5 pascals, de préférence au moins égale à 10 pascals.

Les silicones volatiles utilisables comme support liquide volatil de produits de parfumerie selon la présente invention sont choisies de préférence parmi les polydiméthylsiloxanes linéaires correspondant à la formule

(2)
$$CH_3 \stackrel{CH_3}{\underset{CH_3}{\longleftarrow}} CH_3$$

dans laquelle m est égal à 2, 3, 4 ou 5, et les polydiméthylsiloxanes cycliques correspondant à la formule

(3)
$$\begin{bmatrix} CH_3 \\ -[Si-O]_n \end{bmatrix}$$

$$CH_3$$

15

20

25

5

10

dans laquelle n vaut 4, 5 ou 6.

Au-delà du degré de polymérisation n ou m indiqué ci-dessus, c'est-à-dire au-delà de 5 motifs -Si(CH₃)-O- pour les siloxanes linéaires et 6 motifs -Si(CH₃)-O- pour les siloxanes cycliques, les silicones sont généralement trop peu volatiles pour pouvoir être utilisées dans la présente invention.

Ces silicones peuvent être utilisées seules ou sous forme de mélanges. Elles sont parfaitement miscibles entre elles en toutes proportions. Il est ainsi possible d'ajuster la vitesse d'évaporation d'un support liquide pour parfums en associant par exemple une silicone peu volatile à degré de polymérisation élevé à une silicone très volatile de faible masse.

Dans le groupe de silicones ci-dessus, on préfère en particulier l'octaméthyltrisiloxane linéaire (L_3) , le décaméthyltétrasiloxane linéaire (L_4) , l'octaméthyltétrasiloxane cyclique (D_4) et le décaméthylpentasiloxane cyclique (D_5) .

Ces silicones ou mélanges de silicones sont généralement trop hydrophobes pour pouvoir dissoudre les bases parfumantes utilisées en parfumerie. Il a donc été nécessaire de trouver des agents de solubilisation appropriés, appelés ci-après cosolvants, c'est-à-dire des composés qui, lorsqu'ils sont utilisés en faible proportion par rapport aux silicones, permettent d'obtenir une solution homogène parfum/silicone.

Ces cosolvants doivent non seulement avoir un bon pouvoir solubilisant des molécules odorantes mais doivent également être non toxiques et posséder des propriétés cosmétiques satisfaisantes (absence de résidus gras, luisants ou collants).

Après de nombreux essais de solubilisation, la demanderesse a pu sélectionner un groupe de solvants organiques de type esters qui, seuls ou en combinaison, permettent de remplir les critères énoncés ci-dessus.

Ainsi, lorsque la base parfumante est relativement apolaire, on

35

30

5

10

15

20

25

()

DOCID: >ED 270199681

utilise, comme cosolvant, un ou plusieurs esters d'alcools en C_{4-15} et d'acides carboxyliques en C_{4-10} .

Les alcools sont des alcools primaires aliphatiques, à chaîne linéaire ou ramifiée comportant de 4 à 15 atomes de carbone. On peut citer à titre d'exemple le butanol, le pentanol, l'hexanol, l'heptanol, l'octanol, l'alcool décylique, l'alcool dodécylique, l'alcool tétradécylique ou l'alcool pentadécylique.

5

10

15

20

25

30

35

Les acides sont des acides carboxyliques aliphatiques, cycloaliphatiques ou aromatiques, comportant de 4 à 10 atomes de carbone, parmi lesquels on préfère tout particulièrement l'acide benzoïque.

Les cosolvants particulièrement intéressants de ce premier type sont les benzoates d'alkyle à chaîne linéaire ou ramifiée en C_{12-15} , et on préfère tout particulièrement le benzoate de dodécyle.

D'autre part, lorsque la base parfumante présente une polarité importante, il peut être nécessaire d'associer à ce premier type de cosolvant, un deuxième type de cosolvant choisi parmi les diesters de polyéthy-lèneglycol de formule

(1)
$$R_1 - C - (O - CH_2)_p - C - R_2$$

dans laquelle R_1 et R_2 , identiques ou différents, représentent chacun un groupe alkyle en C_{6-12} et p est égal à 3, 4 ou 5.

Un diester particulièrement préféré en tant que deuxième cosolvant est le diheptanoate de tétraéthylèneglycol.

La teneur en cosolvant(s) de la composition finale dépendra bien entendu de la nature chimique et de la quantité de molécules odorantes à solubiliser, de la ou des silicone(s) choisie(s) comme support volatil, de la nature chimique du ou des cosolvants et du rapport pondéral du premier au deuxième cosolvant éventuellement présent.

De manière générale, la composition parfumante finale contient

de 0,5 à 10 parties en poids de cosolvant(s) pour 1 partie en poids de base parfumante.

La fraction de cosolvant ne dépasse généralement pas 25 % en poids de la composition finale.

Le rapport en poids du premier cosolvant au deuxième cosolvant, lorsque celui-ci est présent, est compris entre 1/1 et 100/1, de préférence entre 2/1 et 30/1.

10

15

20

5

Les bases parfumantes qui peuvent ainsi être solubilisées dans un support silicone volatile/cosolvant(s) sont choisies parmi les bases parfumantes utilisées habituellement en parfumerie. Il s'agit de mélanges complexes élaborés par les parfumeurs, composés d'huiles essentielles naturelles (extraites de fleurs, de plantes ou de certains organes animaux) associées ou non à des molécules odorantes obtenues par synthèse.

La composition parfumante de la présente invention peut être utilisée en tant qu'eau de toilette, eau de parfum, parfum ou lotion après rasage.

La présente invention sera décrite plus en détail à l'aide des exemples suivants qui ont un caractère purement illustratif.

Exemple 1

Exemple 2

10	a see principalement	
	base parfumante composée principalement d'essences d'Iris, de Vanille et de Santal	8 % en poids
	*	3 % en poids
	benzoate de dodécyle diheptanoate de tétraéthylèneglycol	1 % en poids
15	octaméthyltétracyclosiloxane	q.s.p. 100 % en poids

Exemple 3

	base parfumante composée principalement d'essences de Mimosa, de Vanille et de Musc	12 % en poids	
20	benzoate de dodécyle diheptanoate de tétraéthylèneglycol octaméthyltrisiloxane octaméthyltétracyclosiloxane	8 % en poids	
		2 % en poids	
		45 % en poids	
		q.s.p. 100 % en poids	

Exemple 4

base parfumante composée principalement d'essences de Néroli, de Tubéreuse et de Vétyve	r 6% en poids
	8 % en poids
benzoate de dodécyle	4 % en poids
diheptanoate de tétraéthylèneglycol	10 % en poids
décaméthylpentacyclosiloxane hexaméthyldisiloxane	q.s.p. 100 % en poids

30

0,1 % en poids

q.s.p. 100 % en poids

Exemple 5

diheptanoate de tétraéthylèneglycol

octamethyltrisiloxane

	base parfumante composée principalement	
	d'essences de Lavande, de Vanille et de Bergamote	6 % en poids
5	benzoate de dodécyle	12 % en poids
	diheptanoate de tétraéthylèneglycol	4 % en poids
	octaméthyltétracyclosiloxane	68 % en poids
	décaméthylpentacyclosiloxane	8 % en poids
	dodécaméthylhexacyclosiloxane	2 % en poids
10		
	Exemple 6	
	huile essentielle de lavande	6 % en poids
	benzoate de dodécyle	10 % en poids

 $(\)$

REVENDICATIONS

- 1. Composition parfumante liquide homogène exempte d'alcool, constituée d'une base parfumante dissoute dans un support liquide volatil, caractérisé par le fait que ledit support liquide volatil comprend
 - au moins une silicone volatile et
- au moins un premier cosolvant choisi parmi les esters d'alcools en C_{4-15} et d'acides carboxyliques en C_{4-10} , et, éventuellement,
- au moins un deuxième cosolvant choisi parmi les diesters de formule

$$\begin{array}{ccc} (1) & R_1 - C - (O - CH_2)_p - C - R_2 \\ 0 & O \end{array}$$

5

15

25

dans laquelle R_1 et R_2 , identiques ou différents, représentent un groupe alkyle en C_{6-12} et p est égal à 3, 4 ou 5.

2. Composition parfumante selon la revendication 1, caractérisée par le fait que la ou les silicones volatiles sont choisies parmi les polydiméthylsiloxanes linéaires correspondant à la formule

$$\begin{array}{ccc} CH_3 & \\ CH_3 & \\ CH_3 & \\ CH_3 & \end{array} CH_3$$

dans laquelle m est égal à 2, 3, 4 ou 5, et les polydiméthylsiloxanes cycliques correspondant à la formule

(3)
$$\begin{bmatrix} CH_3 \\ [Si-O]_n \\ CH_3 \end{bmatrix}$$

- dans laquelle n vaut 4, 5 ou 6.
 - 3. Composition parfumante selon la revendication 1 ou 2, caractérisée par le fait que la ou les silicones volatiles sont choisies parmi

l'octaméthyltrisiloxane linéaire (L_3) , le décaméthyltétrasiloxane linéaire (L_4) , l'octaméthyltétrasiloxane cyclique (D_4) et le décaméthylpentasiloxane cyclique (D_5) .

4. Composition parfumante selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que ledit premier cosolvant est un benzoate d'alkyle à chaîne linéaire ou ramifiée en C₁₂₋₁₅.

5

10

15

- 5. Composition parfumante selon la revendication 4, caractérisée par le fait que ledit premier cosolvant est le benzoate de dodécyle.
- 6. Composition parfumante selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que ledit deuxième cosolvant est le diheptanoate de tétraéthylèneglycol.
- 7. Composition parfumante selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle contient de 0,5 à 10 parties en poids de cosolvant(s) pour 1 partie en poids de base parfumante.
- 8. Composition parfumante selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la fraction de cosolvant est inférieure à 25 % en poids par rapport à la composition finale.
- 9. Composition parfumante selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que le rapport en poids du premier cosolvant au deuxième cosolvant, lorsque celui-ci est présent, est compris entre 1/1 et 100/1, de préférence entre 2/1 et 30/1.
 - 10. Composition parfumante selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle se présente sous forme d'un parfum, d'une eau de parfum, d'une eau de toilette ou d'une lotion après-rasage.
 - 11. Procédé de préparation d'une composition parfumante liquide homogène exempte d'alcool, caractérisé par le fait que l'on dissout

une base parfumante dans un support volatil comprenant au moins une silicone volatile, en utilisant comme agent de solubilisation

- au moins un premier cosolvant choisi parmi les esters d'alcools en C_{4-15} et d'acides carboxyliques en C_{4-10} , et, éventuellement,
- au moins un deuxième cosolvant choisi parmi les diesters de formule

(1)
$$R_1 - C - (O - CH_2)_p - C - R_2$$

5

15

20

25

- 10 dans laquelle R_1 et R_2 , identiques ou différents, représentent un groupe alkyle en C_{6-12} et p est égal à 3, 4 ou 5.
 - 12. Utilisation d'au moins un ester d'alcool en C_{4-15} et d'acide carboxylique en C_{4-10} , en tant qu'agent solubilisant pour solubiliser une base parfumante dans un support liquide à base de silicones volatiles.
 - 13. Utilisation de l'association d'au moins un ester d'alcool en C_{4-15} et d'acide carboxylique en C_{4-10} , et d'au moins un diester de formule

(1)
$$R_1 - C - (O - CH_2)_p - C - R_2$$

 O

dans laquelle R_1 et R_2 , identiques ou différents, représentent un groupe alkyle en C_{6-12} et p est égal à 3, 4 ou 5,

- en tant qu'agents solubilisants pour solubiliser une base parfumante dans un support liquide à base de silicones volatiles.
- 14. Utilisation en parfumerie d'une composition telle que définie dans l'une quelconque des revendications 1 à 10.

INSTITUT NATIONAL de la

PROPRIETE INDUSTRIELLE

1

RAPPORT DE RECHERCHE PRELIMINAIRE

établi sur la base des demières revendications déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement national

FR 9904315

DOCL	JMENTS CONSIDERES COMM	E PERTINENTS	Revendications concernées	
atégorie	Citation du document avec indication, en co des parties pertinentes	as de besoin,	de la demande examinée	
A	EP 0 723 776 A (L'OREAL) 31 juillet 1996 (1996-07-	31)	1	
A	WO 96 03962 A (THE PROCTE 15 février 1996 (1996-02- * exemple IV *		1	
۸.	US 5 013 763 A (D. TUBESI 7 mai 1991 (1991-05-07)	NG ET AL.)	1	
•				
	•			
				DOMAINES TECHNIQUES
				A61K
	<u> </u>	d'achèvement de la recherche		
	Date	10 décembre 1999	Gli	Examinateur Kman, J-F
X : partic Y : partic autre A : pertic ou ar	ATEGORIE DES DOCUMENTS CITES cullèrement pertinent à lui seul culièrement pertinent en combinaison avec un document de la même catégorie nent à l'encontre d'au moins une revendication rière-plan technologique général gation non-écrite	T : théorie ou princ E : document de b à la date de dé de dépôt ou qu' D : cité dans la der L : cité pour d'autr	elpe à la base de l'i revet bénéficiant d pôt et qui n'a été p à une date postéri mande es raisons	nvention 'une date antérieure ublié qu'à cette date

THIS PAGE BLANK (1877)